

塩酸マブテロール 25 μ g 錠

溶出試験

本品 1 個をとり、試験液に水 900mL を用い、溶出試験法第 2 法により、毎分 50 回転で試験を行う。溶出試験を開始 15 分後、溶出液 20mL 以上をとり、孔径 0.45 μ m 以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液 10mL を除き、次のろ液を試料溶液とする。別に塩酸マブテロール標準品を酸化リン (V) を乾燥剤として 60°C で 3 時間減圧乾燥し、その約 0.028g を精密に量り、水に溶かし、正確に 200mL とする。この液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 200mL とする。更にこの液 2mL を正確に量り、水を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液 0.2mL ずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のマブテロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の 15 分間の溶出率が 80% 以上のときは適合とする。

塩酸マブテロール ($C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{100}$$

W_S : 塩酸マブテロール標準品の量 (mg)

C : 1 錠中の塩酸マブテロール ($C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器：紫外吸光光度計 (測定波長：244nm)

カラム：内径 4.6mm、長さ 15cm のステンレス管に 5 μ m の液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度：40°C 付近の一定温度

移動相：水/メタノール (3 : 2) に過塩素酸を加えて pH3.0 に調整する。

流量：マブテロールの保持時間が約 6 分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能：標準溶液 0.2mL につき、上記の条件で操作するとき、マブテロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ 2000 段以上、2.0 以下である。

システムの再現性：標準溶液 0.2mL につき、上記の条件で試験を 6 回繰り返すとき、マブテロールのピーク面積の相対標準偏差は 2.0% 以下である。

塩酸マブテロール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸マブテロール」。ただし、次に示す方法により精製し、乾燥したものを定量するとき、塩酸マブテロール ($C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$) 99.0% 以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 塩酸マブテロールを 2-プロパノールを用いて 3 回再結晶を行った後、石油エ

ーテルで洗浄し，得られた結晶を酸化リン（V）を乾燥剤として 60°Cで 3 時間減圧乾燥する．

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (245nm) : 369~373 (乾燥後, 0.01g, 水/メタノール混液 (1:1), 500 mL).

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (306nm) : 109~113 (乾燥後, 0.01g, 水/メタノール混液 (1:1), 500 mL).

塩酸マブテロール 50 μ g錠

溶出試験

本品1個をとり、試験液に水900mLを用い、溶出試験法第2法により、毎分50回転で試験を行う。溶出試験を開始15分後、溶出液20mL以上をとり、孔径0.45 μ m以下のメンブランフィルターでろ過する。初めのろ液10mLを除き、次のろ液5mLを正確に量り、水を加えて正確に10mLとし、試料溶液とする。別に塩酸マブテロール標準品を酸化リン(V)を乾燥剤として60 $^{\circ}$ Cで3時間減圧乾燥し、その約0.028gを精密に量り、水に溶かし、正確に200mLとする。この液2mLを正確に量り、水を加えて正確に200mLとする。更にこの液2mLを正確に量り、水を加えて正確に100mLとし、標準溶液とする。試料溶液及び標準溶液0.2mLずつを正確にとり、次の条件で液体クロマトグラフ法により試験を行い、それぞれの液のマブテロールのピーク面積 A_T 及び A_S を測定する。

本品の15分間の溶出率が80%以上のときは適合とする。

塩酸マブテロール ($C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$) の表示量に対する溶出率 (%)

$$= W_S \times \frac{A_T}{A_S} \times \frac{1}{C} \times \frac{9}{50}$$

W_S : 塩酸マブテロール標準品の量 (mg)

C : 1錠中の塩酸マブテロール ($C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$) の表示量 (mg)

試験条件

検出器 : 紫外吸光光度計 (測定波長 : 244nm)

カラム : 内径4.6mm、長さ15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフ用オクタデシルシリル化シリカゲルを充てんする。

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C付近の一定温度

移動相 : 水/メタノール (3 : 2) に過塩素酸を加えてpH3.0に調整する。

流量 : マブテロールの保持時間が約6分になるように調整する。

システム適合性

システムの性能 : 標準溶液0.2mLにつき、上記の条件で操作するとき、マブテロールのピークの理論段数及びシンメトリー係数は、それぞれ2000段以上、2.0以下である。

システムの再現性 : 標準溶液0.2mLにつき、上記の条件で試験を6回繰り返すとき、マブテロールのピーク面積の相対標準偏差は2.0%以下である。

塩酸マブテロール標準品 日本薬局方外医薬品規格「塩酸マブテロール」。ただし、次に示す方法により精製し、乾燥したものを定量するとき、塩酸マブテロール ($C_{13}H_{18}ClF_3N_2O \cdot HCl$) 99.0%以上を含み、下記の規格に適合するもの。

精製法 塩酸マブテロールを2-プロパノールを用いて3回再結晶を行った後、石油エ

ーテルで洗浄し，得られた結晶を酸化リン（V）を乾燥剤として 60°Cで 3 時間減圧乾燥する．

吸光度 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (245 nm) : 369~373 (乾燥後, 0.01g, 水/メタノール混液 (1:1), 500mL).

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ (306 nm) : 109~113 ((乾燥後, 0.01g, 水/メタノール混液 (1:1), 500mL).